

## **PRODUCTION OF POLYBUTYLENE TEREPHTHALATE HAVING HIGH POLYMERIZATION DEGREE**

**Publication number:** JP61296026

**Publication date:** 1986-12-26

**Inventor:** KINOSHITA TAKATOSHI; OMI SEIJI; ISHIBE MASAHICO; YAMANAKA KATSUHISA

**Applicant:** HITACHI LTD

### **Classification:**

- international: C08G63/00; C08G63/183; C08G63/78; C08G63/80;  
C08G85/00; C08G63/00; C08G85/00; (IPC1-7):  
C08G63/22; C08G63/26

#### - European:

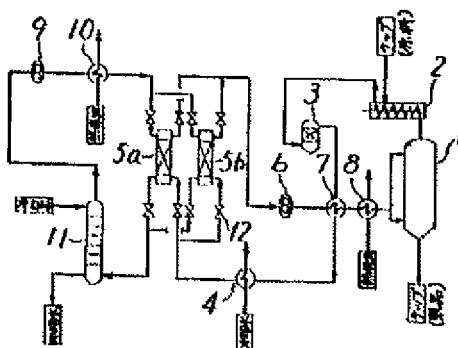
**Application number:** JP19850137716 19850626

**Priority number(s):** JP19850137716 19850626

[Report a data error here](#)

**Abstract of JP61296026**

**PURPOSE:** To polycondense economically the titled polymer in the solid phase, by changing over plural adsorption columns for purifying an inert gas, circulating the inert gas for use, regenerating the adsorption column in the saturation state with a high-temperature gas and purifying a gas containing impurities for reuse. **CONSTITUTION:** Granular polybutylene terephthalate polymer is passed through a heater 2 and fed to a solid-phase polycondensation reactor 1. On the other hand, an inert gas is made to flow into the reactor 1 by using a blower 6, and impurities, e.g. tetrahydrofuran, are removed by an adsorption column (5a) and the inert gas is circulated. Before the adsorbent in the adsorption column (5a) is saturated with the impurities, the adsorbing operation is changed over to an adsorption column (5b), in which the desorbing operation has been completed, to carry out continuously the adsorbing operation. On the other hand, the inert gas is heated in a heater 10 by using a blower 9, and fed to the adsorption column (5a) to eliminate the impurities, and the inert gas containing the impurities is brought into contact with cooling water in an absorption column 11 to discharge the impurities. The resultant inert gas is then reused as a regeneration purging gas.



Data supplied from the [esp@cenet](mailto:esp@cenet) database - Worldwide

## ⑫ 公開特許公報 (A) 昭61-296026

⑤ Int.Cl. 4

C 08 G 63/26  
63/22

識別記号

府内整理番号

7142-4J  
7142-4J

⑥公開 昭和61年(1986)12月26日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

④発明の名称 高重合度ポリブチレンテレフタレートの製造方法

②特願 昭60-137716

②出願 昭60(1985)6月26日

⑦発明者 木下 高年 下松市大字東豊井794番地 株式会社日立製作所笠戸工場  
内⑦発明者 大見 政治 下松市大字東豊井794番地 株式会社日立製作所笠戸工場  
内⑦発明者 石部 雅彦 下松市大字東豊井794番地 株式会社日立製作所笠戸工場  
内⑦発明者 山中 克久 下松市大字東豊井794番地 株式会社日立製作所笠戸工場  
内

⑦出願人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

⑦代理人 弁理士 小川 勝男 外1名

## 明細書

## 発明の名称

高重合度ポリブチレンテレフタレートの製造方法

## 特許請求の範囲

1. 粒状のポリブチレンテレフタレート重合体を不活性ガス流通下に固相重組合させると同時にテトラヒドロフラン等の不純物を除去する高重合度ポリブチレンテレフタレートの製造方法において、少なくとも2基の不活性ガス精製用吸着塔を切換えて不活性ガスを循環使用すると共に、飽和状態にある吸着塔に高温不活性ガスを送り込んで不純物を脱着し、不純物含有不活性ガスを吸収塔で精製した後再使用することを特徴とする高重合度ポリブチレンテレフタレートの製造方法。

## 発明の詳細な説明

## 〔発明の利用分野〕

本発明は、ポリブチレンテレフタレートの製造方法に関し、詳しくは逆流法の固相重組合およびテトラヒドロフラン等の除去を行う際に不活性ガ

スを循環使用する経済的な高重合度ポリブチレンテレフタレートの製造方法に関するものである。

## 〔発明の背景〕

従来の不活性ガス中の不純物を除去する方法としては、例えば特開昭56-112926号公報に記載のように、一基の吸着塔にて吸着、脱着操作を行なっており、吸着時は不活性ガスを循環使用していた。しかしながら、脱着時における不活性バージガスは精製されず、不純物と共に放出されていた。したがって、脱着時には不活性ガス使用量は増大し、経済的な運転とはならない欠点があった。高重合度重合体200kg/hの生産規模のプラントでは、不活性ガスの消費量は約70トン/月にもなる。

## 〔発明の目的〕

本発明は、このような現状に鑑みてなされたもので、その目的は、不活性ガスの使用量を減少して、ポリブチレンテレフタレートの固相重組合およびテトラヒドロフラン等の除去を行ない得るポリブチレンテレフタレートの製造方法を提供する

ことにある。

#### [発明の概要]

本発明のポリブチレンテレフタレートの製造方法は、粒状の重合体を不活性ガス流通下に連続的に固相重合させると同時に、テトラヒドロフラン等の不純物を連続的に除去するポリブチレンテレフタレートの製造方法において、不活性ガス精製用吸着塔を少なくとも2基並列に設けて交互に吸着。脱着を行なわせる。この場合、吸着を連続操作させるためには、脱着に要する時間を吸着時間よりも短かくする必要があり、そのためには吸着時よりも脱着時の不活性ガス量が膨大に多くなる。しかして、脱着時の不活性ガスを経済的に使用するため、脱着後の不純物を含んだ不活性ガスを精製して、脱着再生バージガスとして再使用することにより、不活性ガスの使用量を減少させるようにしたものである。

#### [発明の実施例]

以下、本発明の一実施例を図面に基づいて詳細に説明する。図面は本発明におけるポリブチレン

テレフタレートの製造装置の一実施例を示した系統図で、1は固相重合反応器、2は加熱器、3は微粉末状のポリブチレンテレフタレート重合体を除去するためのフィルタ、4は不活性ガス冷却用の熱交換器、5a, 5bは循環ガス中の不純物(テトラヒドロフラン等)を吸着除去するための吸着塔、6は不活性ガス循環用のプロア、7は固相重合反応器1の出口ガス熱量を入口ガスと熱交換させて回収するための熱交換器、8はガス加熱用の熱交換器、9は脱着再生バージガス循環用のプロア、10はガス加熱用の熱交換器、11は循環ガス中の不純物(テトラヒドロフラン等)を除去するための吸着塔、12は吸着および脱着操作するためにガスの流れを制御するための切替弁を示す。

原料の粒状のポリブチレンテレフタレート重合体は、加熱器2を通過して固相重合反応器1の上部に連続的に供給され、融点以下の温度で固相重合およびテトラヒドロフラン等のガスが遊離されて、固相重合反応器1の下部から製品<sup>7</sup><sub>12</sub>として取り出される。

· 3 ·

一方、不活性ガスはプロア6を用いて循環使用され、固相重合反応器1内で循環ガス中に流入していくテトラヒドロフラン等の不純物を吸着塔5bにより除去して、不純物が系内に蓄積することを防止する。吸着塔5aの吸着剤が不純物で飽和する前に、脱着操作が完了している吸着塔5bに切替えて吸着操作を連続的に行なう。他方、プロア9を用いて不活性ガスを加熱器10で加熱した後、吸着塔5aに送り込み、テトラヒドロフラン等の不純物を離脱させ。吸着塔11で不純物を含んだ不活性ガスを冷却水と接触させ、冷却水側に不純物を吸収させて排出することにより、精製された不活性ガスは再生バージガスとして再使用される。

本実施例によれば、脱着時の不活性ガスの循環使用によって、吸着および脱着時の不活性ガスの使用量を最小限に減少することができる。

#### [発明の効果]

以上説明したように、本発明によれば、粒状のポリブチレンテレフタレート重合体を不活性ガス

· 4 ·

バージ下で固相重合およびテトラヒドロフラン等の不純物の除去を行なうポリブチレンテレフタレートの製造方法において、少なくとも2基の不活性ガス精製用吸着塔を切換えて不活性ガスを循環使用すると共に、飽和状態にある吸着塔に高温不活性ガスを送り込んで不純物を脱着し、不純物含有不活性ガスを吸収塔で精製した後再使用するようになしたものであるから、不活性ガスの使用量を約98%低減して、経済的な運転を行なうことができる。

#### 図面の簡単な説明

図面は本発明を実施した高重合度ポリブチレンテレフタレートの製造装置の一例を示した系統図である。

1 …… 固相重合反応器、2 …… 加熱器、3 …… フィルタ、4, 7, 8, 10 …… 熱交換器、5a, 5b …… 吸着塔、6, 9 …… プロア、11 …… 吸收塔、12 …… 切替弁

代理人弁理士 小川勝男



